

L10 ANSWER 12 OF 35 HCAPLUS COPYRIGHT 2002 ACS

AN 1991:25892 HCAPLUS Full-text

DN 114:25892

TI Manufacture of colorants with good dispersibility in powdered coating materials

IN Yamada, Katsuhiko; Oharu, Izumi; Takahashi, Masayuki

PA Dainichiseika Color and Chemicals Mfg. Co., Ltd., Japan

SO Jpn. Kokai Tokkyo Koho, 4 pp.

CODEN: JKXXAF

DT Patent

LA Japanese

FAN.CNT 1

	PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
PI	JP 02175769	A2	19900709	JP 1988-328997	19881228
	JP 07086181	B4	19950920		

AB The title colorants are manufactured by kneading an aqueous pigment paste with a resin solution to transfer the pigment to the resin solution layer and removing the water and organic solvent. Stirring 20 parts aqueous Disazo Yellow press cake (35% solids) with 15 parts 60% CH₂Cl₂ solution of Epikote 1004 with water cooling for 30 min, removing separated water, adding 14 parts press cake and 15 parts resin solution, kneading 20 min with water cooling, removing separated water, kneading 30 min, kneading at 100° in vacuo with removal of water and CH₂Cl₂ for 2 h, cooling, and pulverizing gave a colorant which was dispersed in CH₂Cl₂ to give a dispersion containing no particles having diameter ≥5 μm.

⑫ 公開特許公報(A)

平2-175769

⑤Int.Cl.³C 09 D 17/00
5/03

識別記号

PUJ
PNB

庁内整理番号

7038-4J
6845-4J

⑬公開 平成2年(1990)7月9日

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全4頁)

⑭発明の名称 粉体塗料用着色剤の製造方法

⑮特 願 昭63-328997

⑯出 願 昭63(1988)12月28日

⑰発明者 山田 勝彦 埼玉県上尾市中妻4-26-11
 ⑰発明者 大 春 泉 埼玉県南埼玉郡宮代町東姫宮2-1-40
 ⑰発明者 高 橋 正行 埼玉県草加市住吉2-2-4
 ⑱出願人 大日精化工業株式会社 東京都中央区日本橋馬喰町1丁目7番6号
 ⑲代理人 弁理士 吉田 勝広

明 細 書

1. 発明の名称

粉体塗料用着色剤の製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) 顔料の水性ペーストと樹脂溶液とを混練して水性相の顔料を樹脂溶液相に移行させ、しかる後に水及び有機溶剤を除去することを特徴とする粉体塗料用着色剤の製造方法。

(2) 顔料の水性ペーストと樹脂溶液とを順次追加する請求項1に記載の方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は粉体塗料用着色剤の製造方法に関し、更に詳しくは顔料の分散性に優れた粉体塗料用高濃度着色剤の提供を目的としている。

(従来技術及びその問題点)

従来、粉体塗料は溶剤等の揮発成分を含まないことから、溶剤型塗料に比較して塗装環境の改善、大気汚染の防止、火災発生の危険低下等の多

くの利点を有し、金属塗装分野で広く使用されている。

これらの粉体塗料は被膜形成樹脂としてポリエステル樹脂、エポキシ樹脂、アクリル樹脂等の熱硬化性樹脂やポリアミド樹脂、ポリエチレン樹脂、塩化ビニル樹脂等の熱可塑性樹脂を含み、更に必要に応じて硬化剤、着色剤及び流動調整剤等の添加剤からなり、前記特徴を生かして家庭用電気製品、自動車等の部材の装飾に使用されている。

上記の如き粉体塗料用の着色剤としては、顔料を分散剤と混合したドライカラー、顔料を担体樹脂と高濃度に混練したマスターバッチ等が広く使用されている。

これらの粉体塗料用着色剤は、乾燥顔料粉末と分散剤又は担持樹脂とをロール、ニーダー、押出機等の高剪断機により熔融混練して顔料の分散を図っているが、一旦乾燥した顔料粉末は粗大な二次凝集粒子が多数存在するため、これらの粗大粒子を全て数 μ m以下にまで再分散させるのは非常

に困難である。特に有機顔料の場合には顔料の吸油量が大であるため高濃度微分散が困難である。

従来の粉体塗料の着色においては粗大粒子の存在は勿論無いことが好ましいが、形成される塗膜が比較的厚いため、それ程厳格には顔料の微分散が要求されなかった。

これに対して近年に至っては粉体塗料の塗膜の薄膜化傾向が強く、薄い塗膜の場合には十分な隠蔽力を塗膜に与えるため着色剤を高濃度に使用する必要があり、着色剤に分散不良の粗大粒子が存在すると、塗装時に塗膜のハジキ現象が発生し、満足出来る均一な薄い塗膜が形成出来ないという問題が生じている。

従って本発明の目的は顔料が高濃度に分散した粉体塗料用着色剤を提供することである。

(問題点を解決するための手段)

上記目的は以下の本発明によって達成される。

すなわち、本発明は、顔料の水性ペーストと樹脂溶液とを混練して水性相の顔料を樹脂溶液相に

していない。

本発明で使用する顔料としてはアゾ顔料、フタロシアニン顔料、キナクリドン顔料、カーボンブラック顔料等従来公知の顔料はいずれも使用でき、特に親油性の高い有機顔料が好ましい。顔料の水性ペースト中の固形分は特に限定されないが、固形分が低すぎると工程的に不経済であり、又、固形分が高すぎると表面で乾燥が生じて二次凝集粒子が生じる恐れがあり、従って好ましい固形分の範囲は25乃至80重量%の範囲である。

本発明において使用する樹脂としては従来顔料の分散剤として使用されている樹脂分散剤やマスターバッチの担体樹脂として使用されている樹脂がいずれも使用することができる。例えば、分散剤としては低分子量ポリエチレン、低分子量ポリプロピレン、各種ワックス等が使用でき、又、樹脂としてはアクリル樹脂、スチレン樹脂、アクリルースチレン樹脂、ポリエステル樹脂、フェノール樹脂、ロジン変性マレイン酸樹脂、石油樹脂、

移行させ、しかる後に水及び有機溶剤を除去することを特徴とする粉体塗料用着色剤の製造方法である。

(作 用)

二次凝集していない顔料の水性ペーストから、顔料の粉末化工程を経ることなく、顔料を水相から樹脂相に移行させることによって、粗大粒子を含有しない粉体塗料用着色剤が提供され、該着色剤により粉体塗料を着色することによって、高濃度で均一に着色され、且つ平滑性に優れた薄い塗膜が容易に形成出来る

(好ましい実施態様)

次に好ましい実施態様を挙げて本発明を更に具体的に説明する。

本発明で使用する顔料の水性ペーストとは、顔料を水相中で製造し、その後、乾燥することなく濾過して得た水性ペーストである。このようなペースト状の顔料は乾燥工程を経ることがないので、顔料粒子は二次凝集することなく一次粒子のまま殆どの場合に10 μ mを超える粒子は含有

エポキシ樹脂、ABS樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリ塩化ビニル樹脂、ポリ酢酸ビニル樹脂、アルキド樹脂、熱硬化性ポリエステル樹脂、熱硬化性アクリル樹脂等が挙げられる。

本発明方法は、上記の如き顔料の水性ペーストと上記の如き樹脂の溶液とをフラッシャーの如き混練機中で混練して、水相中の顔料を樹脂溶液中に移行させる方法であり、使用する有機溶剤としては、トルエン、キシレン等の水と混和しない有機溶剤を用いる。有機溶剤の使用量は樹脂が液化するのに必要な量であり、樹脂濃度が10乃至90%程度になる割合で使用するのが一般的である。フラッシャー中での混練は常温で行ってもよいが、通常は加熱しなくともフラッシャー内の摩擦力により50乃至80℃程度に上昇する。混練時の温度は常温乃至130℃程度であり、水の沸点以上の温度で行う場合には密閉式の加圧フラッシャーを使用するのが好ましい。

フラッシャーに添加する顔料の水性ペースト及び樹脂溶液の混合比は顔料の水性ペーストの固形

分、樹脂溶液の濃度等によって変化するが、得られる粉体塗料用着色剤の顔料濃度が20乃至80重量%になる割合が好ましい。

フラッシングに関してはフラッシャーの容量一杯に顔料の水性ペーストと樹脂溶液とをチャージしてもよいが、好ましい方法はチャージを数回に分けて行う方法である。すなわち、1回目のチャージにおいてフラッシャーの容量の約1/5乃至1/2程度の容積に両者をチャージしてフラッシングを行い、分離した水を排出し、次いで同様の量のチャージを行い、フラッシングした後水を排出する。このように分離した水を排出しながら行うことによってフラッシング効率を著しく高めることができる。

最後のフラッシングが完了したら、残留している水を除去し、好ましくは減圧下で残留水と有機溶剤を除去することによって所望の粉体塗料用着色剤が得られる。

本発明の着色剤で着色される粉体樹脂は、被膜形成樹脂としてポリエステル樹脂、エポキシ樹

脂、アクリル樹脂等の熱硬化性樹脂やポリアミド樹脂、ポリエチレン樹脂、塩化ビニル樹脂等の熱可塑性樹脂を含み、更に必要に応じて硬化剤及び流動調整剤等の添加剤からなるものであり、これらの成分からなる粉体塗料はいずれも公知であり、本発明はこれらの公知の粉体塗料のいずれにも適用可能である。

(効 果)

以上の如き本発明によれば、二次凝集していない顔料の水性ペーストから、顔料の粉末化工程を経ることなく、顔料を水相から樹脂相に移行させることによって、粗大粒子を含有しない粉体塗料用着色剤が提供され、該着色剤により粉体塗料を着色することによって、高濃度で均一に着色され、且つ平滑性に優れた薄い塗膜が容易に形成出来る。

(実施例)

次に実施例を挙げて本発明を更に具体的に説明する。尚、文中、部又は%とあるのは特に断りのない限り重量基準である。

実施例1

エピクロルヒドリン-ビスフェノールエーテル型エポキシ樹脂（油化シェル社製、エピコート#1004）の60%塩化メチレン溶液1,500部をフラッシャーに入れ、続いてジスアゾイエローの水性ブレスケーキ（固形分35%）2,000部を投入し、水冷下で30分間良く攪拌した。分離した水分をデカンテーションにより除去した。その後更に同じ樹脂溶液1,500部を追加し、更に同じブレスケーキ1,400部を投入した。続いて水冷下に20分間良く混練後、分離した水分を除去し、更に30分間混練を行った。その後加熱減圧下（100℃、70cmHg）で2時間混練を行いながら水及び溶剤を除去した。その後冷却及び粉碎して黄色の本発明のペレット状粉体塗料用着色剤を得た。

上記着色剤を塩化メチレンに溶解して光学顕微鏡（400倍）で顔料の分散性を調べたところ、5μm以上の粗大粒子は認められなかった。

実施例2

ポリエステル樹脂（日本エステル社製、ER-6610）の60%酢酸エチル溶液1,000部をフラッシャーに入れ、続いてシアニンプール顔料の水性ブレスケーキ（固形分35%）1,050部を投入し、常温で30分間良く攪拌した。分離した水分をデカンテーションにより除去した。その後更に同じ樹脂溶液1,000部を追加し、更に同じブレスケーキ1,050部を投入した。続いて常温で30分間良く混練後、分離した水分を除去し、更に同じ樹脂溶液1,250部を追加し、30分間混練を行った後分離した水分を除去した。その後加熱減圧下（130℃、70cmHg）で2時間混練を行いながら水及び溶剤を除去した。その後冷却及び粉碎して青色の本発明のペレット状粉体塗料用着色剤を得た。

上記着色剤を酢酸エチルに溶解して光学顕微鏡（400倍）で顔料の分散性を調べたところ、5μm以上の粗大粒子は認められなかった。

実施例3

ポリエステル樹脂（大日本インキ社製、ファイ

ンディックM8500)の50%トルエン/メチルエチルケトン(80/20)溶液1,200部をフラッシュャーに入れ、続いてモノアゾレッド顔料の水性プレスケーキ(固形分40%)1,200部を投入し、常温で35分間良く攪拌した。分離した水分をデカンテーションにより除去した後、その後更に同じ樹脂溶液1,000部を追加し、更に同じプレスケーキ600部を投入した。続いて常温で30分間に良く混練後、分離した水分を除去し、更に同じ樹脂溶液1,400部を追加し、常温で30分間混練を行った後分離した水分を除去した。その後加熱減圧下(135℃、70cmHg)で2時間混練を行いながら水及び溶剤を除去した。その後冷却及び粉碎して赤色の本発明のペレット状粉体塗料用着色剤を得た。

上記着色剤をトルエンに溶解して光学顕微鏡(400倍)で顔料の分散性を調べたところ、5μm以上の粗大粒子は認められなかった。

使用例1

ポリエステル樹脂(ER-6800、日本エステル

ポリエステル樹脂(ファインディックM8520、大日本インキ化学社製) 50部

エポキシ樹脂(R-304、三石エポキシ社製) 50部

硬化促進剤(キュアゾールC17Z、四国化成社製) 0.3部

流れ調整剤(アクロナール4F、BASF社製) 1部

実施例1の着色剤 15.0部

上記成分を使用し他は使用例1と同様にして着色粉体塗料組成物を得た。

使用例3

ポリエステル樹脂(ER-6820、日本エステル社製) 100部

硬化剤(クロスリンクングエージェントUI-8、バイエル社製) 26部

エポキシ樹脂(AER-664P、旭化成社製) 8.34部

ジブチルチンジラウレート(硬化促進剤)

0.5部

社製) 100部

硬化剤(クロスリンクングエージェントUI-8、バイエル社製) 26部

エポキシ樹脂(EP1004、油化シェル社製) 8.34部

ジブチルチンジラウレート(硬化促進剤) 0.5部

流れ調整剤(アクロナール4F、BASF社製) 1.66部

ベンゾイン 1.66部

実施例1の着色剤 20.0部

赤素樹脂粒子(ユニオンP-300、半径10μm以下70%もの、日本バルサー社製) 10部

上記成分をスーパーミキサーで均一に混合し、押出機にて加熱溶融混練押出し、冷却後、アトマイザーで平均粒径約40μmにまで粉碎する。更にこの中に粉末100部当たり0.5部の割合で流れ調整剤(微粉末シリカ)を加え均一に混合して着色粉体塗料組成物を得た。

使用例2

流れ調整剤(アクロナール4F、BASF社製) 1.66部

ベンゾイン 1.66部

実施例1の着色剤 10.0部

上記成分を使用し他は使用例1と同様にして着色粉体塗料組成物を得た。

上記使用例の粉体塗料組成物を用いて、洗浄した軟鋼板に静電スプレーガンで塗布し190℃で20分間硬化させ、厚さ10乃至15μmの塗膜を形成したところ、隠蔽力、濃度及び鮮明性に優れ且つピンホールやクレターの全くない優れた平滑性及び光沢の塗膜が得られた。

特許出願人 大日精化工業株式会社

代理人 弁理士 吉田 勝 広

応答
色
印
行
務
士